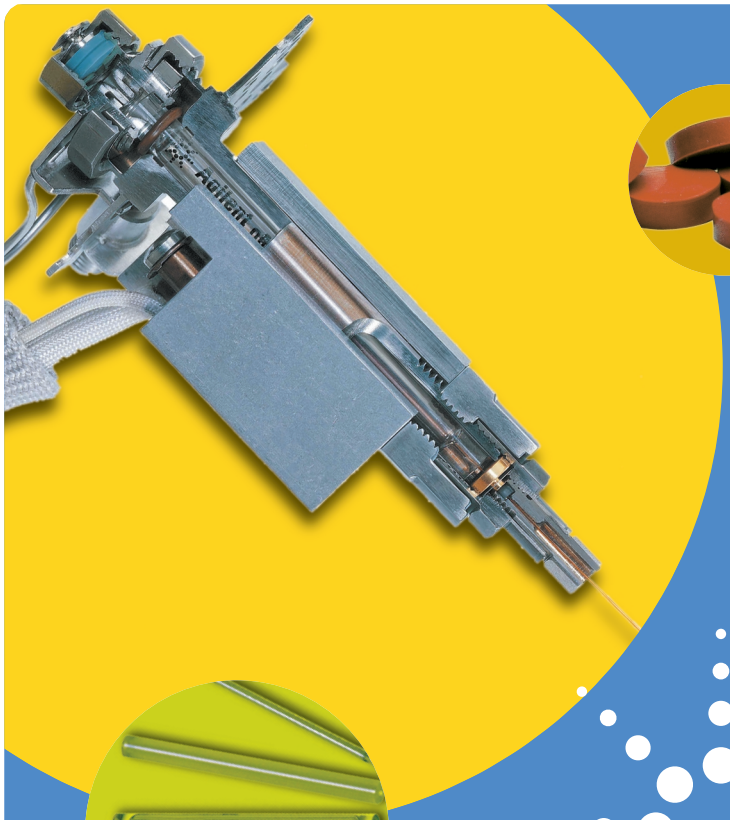
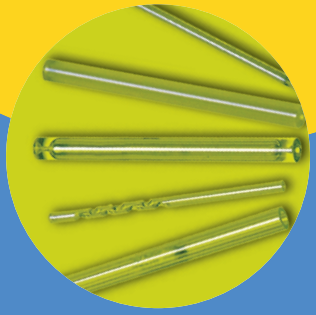




Guide des consommables pour CPG

Optimisez les performances de votre système CPG Agilent.

Agilent Technologies

Guide des consommables pour injecteur CPG

Optimisez les performances de votre système CPG Agilent.

4 Introduction

5 Septa
6 Diagnostic
9 Références des septa

10 Ferrules
11 Diagnostic
14 Références des ferrules

15 Inserts
18 Diagnostic
20 Références des inserts

21 Pièces détachées et consommables pour injecteurs CPG

Cette icône signale une séquence vidéo disponible sur notre site web. Rendez-vous sur www.agilent.com/chem/supplies pour voir ces séquences et obtenir plus de détails sur le remplacement des inserts d'injecteurs et des joints ou pour l'installation des colonnes.

En achetant un équipement, une pièce détachée ou des consommables Agilent, vous n'achetez pas qu'un produit de qualité supérieure, vous bénéficiez de plus de trente ans d'expérience et de connaissances dans le domaine. Agilent s'engage à fournir tous les jours des solutions complètes à ses clients.

La garantie de chromatographies réussies s'intègre dans l'engagement d'Agilent à fournir des solutions complètes. Le succès d'une chromatographie dépend de l'état optimal de chaque composant d'un système, de l'instrument à ses consommables. Chaque composant contribue aux performances globales du système, ou les détériore, vous devez donc effectuer régulièrement des maintenances et n'utiliser que des fournitures Agilent. L'utilisation des consommables d'injecteurs Agilent avec vos systèmes CPG Agilent vous garantit une adaptation parfaite pour des performances optimales et un taux d'indisponibilité des instruments minimum.

Il est indispensable de remplacer régulièrement les principaux éléments de l'injecteur : le septum, l'insert et la ferrule. Ce guide décrit le rôle des consommables de l'injecteur ainsi que les problèmes pouvant survenir faute de maintenance régulière. Cette brochure concerne les modèles 4890, 5890, 6850 et 6890. Nous y avons inclus des références pour vous faciliter la tâche lors de vos commandes. Vous pouvez acheter les pièces détachées et les consommables Agilent auprès de notre boutique en ligne sur www.agilent.com ou en appelant votre bureau commercial local ou distributeur agréé.

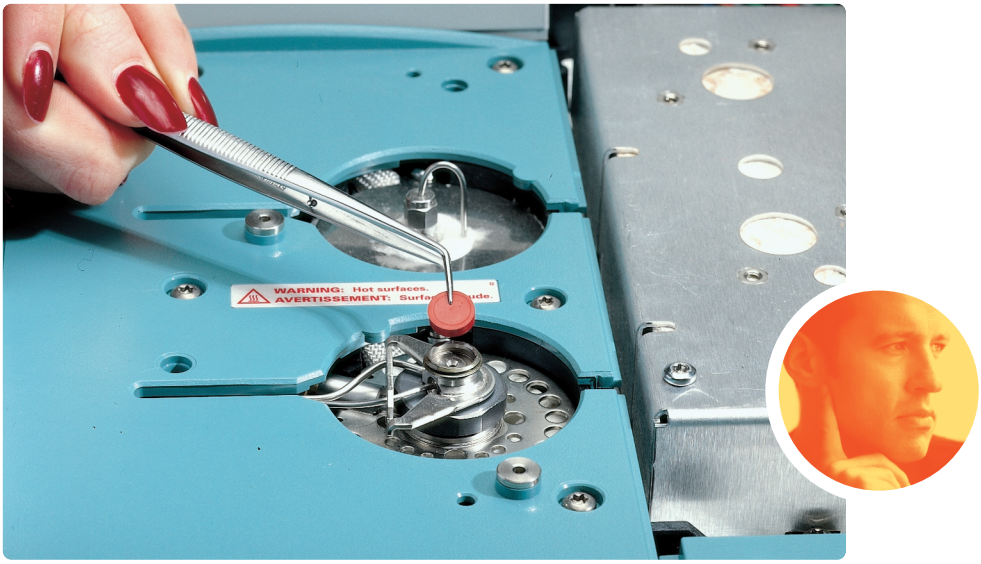
Qu'il s'agisse de trouver l'insert parfaitement adapté ou de résoudre les problèmes d'application les plus ardus, faites confiance à Agilent, leader du marché, pour tous vos besoins en chromatographie.

Agilent Technologies

Septa

Le septum d'injection est un élément essentiel de l'introduction d'échantillon. Toutes les colonnes doivent avoir une pression de tête pour établir un débit dans la colonne. Les septa assurent l'étanchéité du joint et évitent l'entrée d'air dans l'injecteur. Ils existent en différentes tailles et en différents matériaux selon le type d'injecteur et les exigences de l'analyse.

Les septa sont le plus souvent définis par leur limite supérieure de température. Les septa basse température sont souvent plus mous, assurent une meilleure étanchéité et résistent à plus de piqûres (injections) que leurs équivalents pour haute température. Toute utilisation au-delà des températures recommandées peut entraîner une fuite ou leur décomposition. Ceci peut se traduire en une perte d'échantillons ou de débit dans la colonne, une diminution de la durée de vie ou l'apparition de pics fantômes.



A quoi ils servent

Le septum isole le chemin qu'emprunte l'échantillon du monde extérieur. Il doit fournir une barrière facilement traversée par l'aiguille de l'injecteur tout en maintenant la pression interne sans contaminer l'analyse. Ils sont généralement fabriqués en caoutchouc silicone spécial à haute température et faible ressuage.

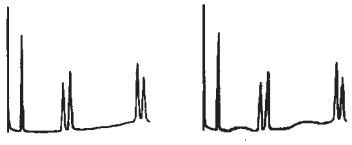
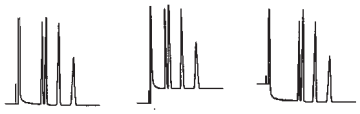
Pourquoi les remplacer

Les septa doivent être remplacés régulièrement pour éviter :
- les fuites
- la décomposition
- la perte d'échantillon
- la réduction du débit colonne ou du débit de split
- les pics fantômes
- la dégradation de la colonne

Comment réduire les problèmes

Evitez les problèmes en :
- utilisant les septa dans la plage de température recommandée
- les remplaçant régulièrement
- les installant avec un simple serrage « à la main »
- utilisant la purge de septum dès que possible
- utilisant des injecteurs automatiques
- utilisant des aiguilles de seringue affûtées

Diagnostic de pannes dues aux septa

Symptôme	Cause possible	Correction
Pics/bosses supplémentaires  Normal Problème	Ressuage du septum.	Arrêtez le chauffage de l'injecteur. Si les pics supplémentaires disparaissent, utilisez un septum recommandé pour une utilisation à température plus élevée ou analysez à une température d'injecteur plus faible.
Variation de ligne de base après un pic important  Normal Problème (augmentation) Problème (diminution)	Une fuite importante au niveau du septum lors de l'injection et peu de temps après (courant avec des aiguilles de gros diamètre).	Remplacez le septum et utilisez des aiguilles de diamètre inférieur.
Temps de rétention prolongés Normal Problème Problème	Fuites de gaz vecteur au raccord du septum ou de la colonne.	Recherchez les fuites. Remplacez le septum ou resserrez les raccords si nécessaire.

Récapitulatif des caractéristiques des septa d'injecteurs

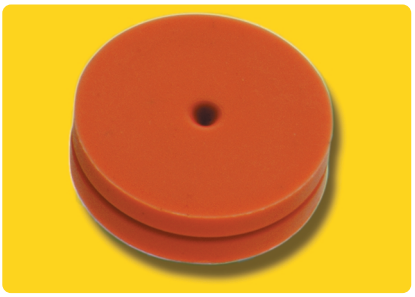
TYPE DE SEPTUM	RESSUAGE	DUREE DE VIE	LIMITE DE TEMPERATURE
BTO (Optimisé en ressuage et en haute température)	✔✔✔ (Optimisé en haute température)	✔	jusqu'à 400 °C
Longue durée de vie	✔	✔✔✔	jusqu'à 350 °C
Vert amélioré	✔✔	✔✔	jusqu'à 350 °C
✔✔✔ = idéal	✔✔ = très bon	✔ = bon	

Septa Premium

Septa à guide central Agilent Premium pour des performances optimales

Nos septa Premium comportent un creux côté injection qui guide l'aiguille de la seringue vers le même point pour chaque injection.

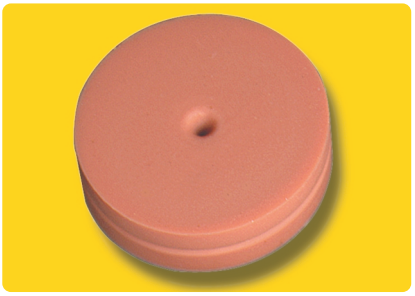
- Le point central guide l'aiguille pour faciliter la pénétration et éviter la détérioration du septum
- Réduit les risques de torsion de l'aiguille
- Le moulage de précision assure une position parfaite dans l'injecteur
- Chaque lot est testé sur un CPG-FID Agilent 6890 pour mesurer son ressuage



réf. 5183-4757

Septa Agilent optimisés en ressuage et en température (BTO)

- Plage de températures élevée, faible ressuage
- Température de port d'injection maximale 400 °C
- Elimine quasiment tout collage sur le port d'injection
- Préconditionnés, emballage dans des flacons en verre pour éviter la contamination
- Parfaitement adaptés pour les colonnes capillaires à faible ressuage, (colonnes spéciales masse)



réf. 5183-4761

Septa Longue Durée Agilent

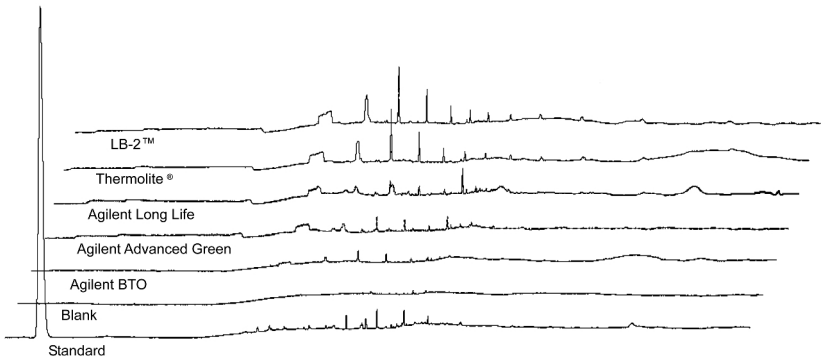
- Prépercés pour augmenter la durée de vie et réduire la détérioration du septum
- Septum de choix pour les échantillonneurs automatiques
- Parfait pour les séquences d'analyse
- Jusqu'à 400 injections par septum
- Température maximale du port d'injection 350 °C
- Mou, 45 Duromètre, prend soin des aiguilles d'échantillonneurs automatiques

réf. 5183-4759

Septa verts améliorés Agilent

- Septum vert longue durée, haute température
- Plus d'injections par septum
- Réduction du collage sur le port d'injection
- Température maximale du port d'injection 350 °C
- Emballage en flacon de verre pour une pureté totale
- Remplacent économiquement de nombreux septa verts courants

Bleed Test - Comparison of GC Septa



Conditions de CPG, pour tous les chromatogrammes

Equipement : Agilent 6890
Colonne : DB-5 15 m X 0,53 mm DI, film 1,5 µm
Réf. : 125-5012
Gaz vecteur : Hélium débit constant 4 ml/min
Four : 50 °C pendant 15 minutes 50 - 250 ° à 20 °C/min 250 °C pendant 15 min
Injecteur : Sans division, 250 °C temps d'activation de purge 10 minutes
Détecteur : FID, 280 °C

Septa à usage général

Les septa à usage général d'Agilent sont fabriqués en caoutchouc silicone amélioré moulé par injection. Le matériau des septa, rouge foncé ou gris, est conçu pour résister à 200 injections automatiques à une température de port de 350 °C. Vous pouvez être assuré de la fiabilité de vos résultats chromatographiques : chaque lot de septa a subi un test de contrôle qualité exigeant ; ainsi, seul le produit de la plus haute qualité est livré dans votre laboratoire.

Septa rouges/gris à usage général Agilent : un choix efficace et économique, vous assurant :

- Faible ressuage : temps d'indisponibilité lors de la maintenance des instruments moindre et productivité du laboratoire accrue
- Longue durée de vie (jusqu'à 200 injections aux températures maximales) et donc remplacement moins fréquent
- Pénétration facile et durabilité évitant la détérioration du septum et les fuites, même après des injections multiples
- Lots fonctionnels de 24 ou 25 dans un récipient étanche réduisant les risques de contamination et les besoins de reconditionnement des septa

Septa Merlin Microseal

- Le septum Merlin Microseal est un septum à faible ressuage et à longue durée de vie, utilisable avec les systèmes d'injection avec/sans division.
- Durée de vie supérieure à 2 000 injections, selon les échantillons et les conditions d'utilisation
- Réduction importante du temps pendant lequel les instruments sont indisponibles du fait du remplacement des septa et des inserts à cause de la présence de particules de septa.
- Deux mécanismes d'étanchéité distincts : un double joint torique autour de l'aiguille de la seringue et un bec de canard à ressort pour l'étanchéité du port d'injecteur

Références des septa

	RÉFÉRENCE
Septa Premium	
Septa optimisés en ressuage et en température	
septa 11 mm pour CPG 5880, 5890, 6850 et 6890 (50/paquet)	5183-4757
septa 5 mm prépercés pour injection dans la colonne (50/paquet)	5183-4758
Septa verts améliorés Agilent	
septa 11 mm pour CPG 5880, 5890, 6850 et 6890 (50/paquet)	5183-4759
septa 5 mm prépercés pour injection dans la colonne (50/paquet)	5183-4760
Septa Longue Durée Agilent	
septa 11 mm pour CPG 5880, 5890, 6850 et 6890 (50/paquet)	5183-4761
septa 5 mm prépercés pour injection dans la colonne (50/paquet)	5183-4762
Septa à usage général	
Septa gris à faible ressuage	
septa 9,5 mm (3/8") pour CPG Agilent séries 5700 et 5830/40 (24/paquet)	5080-8728
septa 11 mm pour CPG 5880, 5890, 6850 et 6890 (24/paquet)	5080-8896
septa 11 mm pour CPG 5880, 5890, 6850 et 6890 (144/paquet)	5080-8894
septa 9,5 mm (3/8") pour CPG Agilent séries 5700 et 5830/40 (144/paquet)	5080-8726
Septa rouge à faible ressuage	
septa 11 mm plein pour CPG 5880, 5890, 6850 et 6890 (25/paquet)	5181-1263*
septa 11 mm partiellement prépercés pour CPG 5880, 5890, 6850 et 6890 (25/paquet)	5181-3383*
septa 5 mm prépercés pour injection dans la colonne, automatiques ou manuelles (25/paquet)	5181-1260*
septa 5 mm pleins pour contre-pression de colonne élevée, (25/paquet)	5181-1261*
septa 9,5 mm (3/8") pour CPG Agilent séries 5700 et 5830/40 (24/paquet)	5181-1283*
*Remise sur quantité possible	
Septa bleus	
septa 11 mm pour CPG séries 5880, 5890, 6850 et 6890 (5/paquet)	9301-1083
Septa blancs	
septa 9,5 mm (3/8") enduction Téflon pour CPG séries 5700 et 5830/40 (12/paquet)	5080-8745
septa 9,5 mm (3/8") enduction Téflon pour CPG séries 5700 et 5830/40 40 (100/paquet)	5080-8707
Septa Merlin Microseal	
Septa haute pression	
Kit de démarrage Merlin Microseal haute pression (septa Microseal et écrou)	5182-3442
Septum haute pression Microseal*	5182-3444
Ecrou pour septum Microseal haute pression	5182-3445
Kit combiné comprenant : septum Merlin Microseal haute pression, six seringues jauge 23, 500 flacons et capsules	5181-8839
Septa Merlin Microseal pression standard	
Septum Microseal, acier inox, caoutchouc (30 psi)	5181-8815
Joint PTFE pour écrou Microseal (2/paquet)	5182-0853
Kit d'origine Merlin Microseal pour système basse pression incluant écrou et septum	5181-8816
Kit d'origine Merlin Microseal pour système basse pression incluant écrou et 2 septa	5181-8833

*Non interchangeable avec l'ancienne version.

Ferrules

L'utilisation d'une ferrule mal adaptée ou usée pour assurer l'étanchéité de la connexion de la colonne peut conduire à des résultats incohérents et peu fiables. Une ferrule inadéquate peut provoquer des fuites qui permettent à l'air et à d'autres contaminants d'entrer dans le système, entraînant des conséquences majeures sur les performances de la colonne et du détecteur. Pour obtenir des performances optimales, les ferrules doivent être changées dès que vous remplacez la colonne ou que vous procédez à une opération de maintenance sur celle-ci.

Agilent propose une gamme complète de ferrules de matériaux et configurations variés pour une adaptation parfaite sur votre instrument et une connexion injecteur-colonne totalement étanche.

Trois principaux types de ferrules sont utilisés sur les colonnes de CPG capillaires : graphite, Vespel et composites Vespel-graphite. Les ferrules en graphite peuvent résister à des températures allant jusqu'à 450 °C, les ferrules Vespel et Vespel-graphite sont conçues respectivement pour des températures de 280 °C et 350 °C.

Types de ferrules pour colonnes

	Avantages	Limitations
Graphite	Utilisation facile, joint stable Température maxi plus élevée	Mou, déformation ou destruction facile • contamination du système possible • n'utilisez pas avec des lignes de transfert CPG/SM
Vespel ou Vespel-graphite	Robustesse mécanique Longue durée de vie	Débit à haute température • resserrage fréquent • sujet aux fuites Ressuage du polymère problématique avec certains détecteurs (NPD et ECD)

A quoi elles servent

Les ferrules permettent l'étanchéité du raccord de la colonne ou de l'insert sur le système. La ferrule idéale assure une étanchéité parfaite avec différents diamètres extérieurs de colonne, avec un serrage minimal, ne colle pas à la colonne ni aux raccords, et supporte des cycles thermiques importants.

Pourquoi les remplacer

Les signes d'usure d'une ferrule sont notamment :

- bruit de fond de diffusion de l'oxygène dans le système
- ressuage de la colonne catalysé par l'oxygène
- dégradation d'échantillon
- perte d'échantillon
- augmentation du rapport signal/bruit du détecteur
- mauvaise reproductibilité du temps de rétention

Comment réduire les problèmes

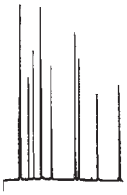
Technique générale d'installation des ferrules :

- ne serrez pas trop fort : serrez l'écrou de colonne à la main et terminez le serrage avec la clé
- la propreté doit être parfaite
- étuvez les ferrules avant utilisation
- évitez les contaminations (traces de doigts, huiles)
- examinez à la loupe les ferrules usagées pour déceler toute fissure, éclat ou autre dégât avant de les réutiliser
- changez les ferrules lors de l'installation de nouvelles colonnes, de pièces de l'injecteur ou du détecteur

Diagnostic de pannes dues aux ferrules

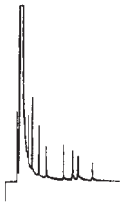
Problèmes possibles après changement de ferrules

Pics normaux



Positionnement correct de la colonne dans l'injecteur et le détecteur

Pics de solvant traînants



Colonne mal positionnée dans le port d'injection ou morceau de ferrule éventuel sur le passage du gaz vecteur

Mauvaise proportionnalité des pics

Colonne mal positionnée dans l'injecteur (trop ou pas assez enfoncée; vérifiez la distance d'installation 4-6 mm)

Ferrules 100 % graphite

Toutes les ferrules Agilent contenant du graphite sont fabriquées à partir du graphite de la plus grande pureté. Ce matériau est exempt de soufre et autres contaminants pouvant créer des interférences avec certains détecteurs.

Les ferrules en graphite pur ne sont pas très dures et se déforment facilement pour constituer un joint efficace avec des colonnes en silice fondue ou en verre sans désorption excessive du graphite, susceptible de contaminer les détecteurs et les injecteurs. Une installation correcte nécessite un serrage à la main de l'écrou, puis $^1/_4$ de tour supplémentaire à l'aide d'une clé.

Deux types d'écrous de colonne Agilent peuvent être utilisés avec ces ferrules.

- L'écrou de colonne universel (réf. 5181-8830) a une tête hexagonale et doit être serré à fond à l'aide d'une clé.
- L'écrou de colonne à serrage manuel (réf. 5020-8293 pour colonnes 530 um et réf. 5020-8292 pour les colonnes de 320 um ou inférieures) se serre sans outil.
  Il n'est utilisable qu'avec les ferrules 100 % graphite.

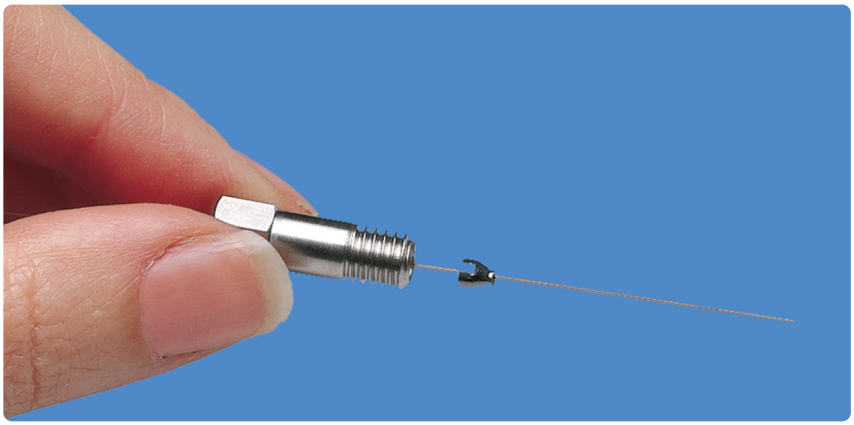
Le graphite n'étant pas assez dur, il est donc déconseillé d'utiliser des ferrules 100 % graphite pour les lignes de transfert CPG/SM.

Ferrules Vespel/Graphite (85%/15%)

Le graphite associé au Vespel permet d'obtenir une ferrule ayant un faible taux de diffusion de l'oxygène et qui ne rétrécit pas autant que celles en Vespel pur. Ces ferrules sont recommandées avec les détecteurs CPG/SM ou d'autres détecteurs sensibles à l'oxygène, tel que l'ECD, mais sont aussi compatibles avec d'autres détecteurs comme FID et NPD.

L'étanchéité des raccords dépend de l'installation correcte des ferrules Vespel/Graphite. Une installation adéquate implique un serrage à la main de l'écrou, puis $^1/_4$ de tour supplémentaire à l'aide d'une clé.

Ces ferrules sont très dures et ne se déforment pas suffisamment pour assurer une étanchéité avec des colonnes de différents diamètres. Le trou de la ferrule doit donc correspondre exactement au diamètre extérieur de la colonne pour assurer une parfaite étanchéité. A chaque diamètre de colonne capillaire correspond une ferrule spécifique. Le choix d'une ferrule dont le trou serait supérieur à la dimension de colonne spécifiée entraînerait une fuite importante. Une mauvaise étanchéité au niveau de l'injecteur peut se traduire par un ressuage important de la colonne et une réduction de sa durée de vie. Un manque d'étanchéité au niveau du détecteur peut engendrer une augmentation du rapport signal/bruit du détecteur. Dans le cas de la détection par spectrométrie de masse, la fuite peut contribuer à l'oxydation de la source d'ions, augmentant ainsi la fréquence des interventions sur le détecteur.



Deux dimensions de ferrules Vespel/graphite sont disponibles pour les colonnes capillaires. La ferrule de dimension standard est compatible avec l'écrou de colonne universel. La deuxième dimension de ferrule est légèrement plus longue et conçue spécialement pour l'écrou d'interface SM utilisé pour le branchement de la ligne de transfert CPG/SM. La ferrule plus longue est aussi utilisable pour le raccordement des colonnes aux injecteurs et autres détecteurs mais nécessite un écrou de colonne spécial (réf 05988-20066) adapté à la longueur supérieure de la ferrule.

Pour les ferrules Vespel/Graphite, Agilent recommande de serrer l'écrou de colonne de $^1/_4$ de tour après le premier programme de température. Même les ferrules préconditionnées peuvent présenter un léger rétrécissement après un cycle thermique.

Associations d'écrous et ferrules Vespel/Graphite

Ferrule standard et écrou standard		
Ecrou de colonne universel 5181-8830	+	Ferrules Vespel/Graphite 5181-3323 (colonnes de diamètre intérieur 0,1, 0,2, 0,25 mm) 5062-3514 (0,32 mm) 5062-3512 (0,45 et 0,53 mm)
Ferrule plus longue avec écrou d'interface SM		
Ecrou de colonne d'interface SM 05988-20066	+	Ferrules Vespel/Graphite 5062-3508 (colonnes de diamètre intérieur 0,1, 0,2 et 0,25 mm) 5062-3506 (0,32 mm) 5062-3538 (0,45 et 0,53 mm)

Ferrules 100 % Vespel

Le Vespel est un matériau très dur à base de polyimide pour haute température. Il est très peu perméable à l'oxygène, ce qui en fait un excellent matériau d'étanchéité pour les connexions sur métal ou sur verre. Ces ferrules ne se déforment pas facilement. Il est donc indispensable d'adapter exactement la dimension du trou de la ferrule au diamètre de la colonne. Ces ferrules sont réutilisables et peuvent être repositionnées pour faciliter le montage sur d'autres injecteurs et détecteurs.

Le principal inconvénient des ferrules 100% Vespel est le rétrécissement du matériau suite aux programmes de températures.

www.agilent.com/chem/supplies

Recommandations pour le choix de ferrules Agilent

Type de ferrule/joint	Limite supérieure de température	Utilisation	Limitations
Graphite (100%)	450 °C	A usage général pour colonnes capillaires. Adaptée à FID et NPD. Recommandée pour haute température et injection dans la colonne. S'enlève facilement.	Sauf pour SM ou détecteur sensible à l'oxygène
Vespel/Graphite (85%/15%)	350 °C	A usage général pour colonnes capillaires. Recommandée pour SM ou détecteurs sensibles à l'oxygène. Connexion étanche la plus fiable.	Non réutilisable.
Vespel (100%)	280 °C	Usage à température constante S'enlève ou se réutilise facilement.	Fuites possibles après programmation de température

Références des ferrules

	FERRULE (mm)	COLONNE (mm)	QUANTITE	REFERENCE
Ferrules graphite à usage général (Ferrules courtes)				
	0,5	0,1, 0,2, 0,25, 0,32	10/pqt	5080-8853
	1,0	0,53	10/pqt	5080-8773
	0,4	0,05-0,25	10/pqt	500-2114
	0,8	0,45, 0,53	10/pqt	500-2118
Ferrules 85% Vespel, 15% graphite (Ferrules courtes)				
	0,4	0,1, 0,2, 0,25	10/pqt	5181-3323
	0,5	0,32	10/pqt	5062-3514
	0,8	0,45, 0,53	10/pqt	5062-3512
Ferrules préconditionnées 85% Vespel, 15% graphite (Ferrules longues)				
	0,3	0,1	10/pqt	5062-3507
	0,4	0,1, 0,2, 0,25	10/pqt	5062-3508
	0,5	0,32	10/pqt	5062-3506
	0,8	0,53	10/pqt	5062-3538

Ces ferrules sont recommandées pour l'utilisation en CPG/SM.

Ferrules haute performance 100% Vespel (Ferrules courtes)				
	0,4	0,1, 0,2, 0,25	10/pqt	5181-3322
	0,5	0,32	10/pqt	5062-3513
	0,8	0,45, 0,53	10/pqt	5062-3511

Ces ferrules sont recommandées pour l'analyse isotherme seulement.

Ferrules spéciales 85% Vespel, 15% graphite				
Trou double	Trous de diamètre intérieur 0,4	0,1, 0,2, 0,25	10/pqt	5062-3580
	Trous de diamètre intérieur 0,5	0,32	10/pqt	5062-3581
Sans trou			10/pqt	5181-3308

Ecrous de colonne		
Ecrous courts		
Ecrou de colonne universel, hex 1/16 po	2/pqt	5181-8830
Ecrou de colonne à serrage manuel pour colonnes 0,53 mm*	1 p	5020-8293
Ecrou de colonne à serrage manuel pour colonnes 0,32 mm* et inférieures	1 p	5020-8292
Bouchon d'obturation, serrage manuel	1 p	5020-8294
Ecrou de colonne 6850	2/pqt	5183-4732
Ecrous longs		
Ecrou de colonne pour interface SM	1 p	05988-20066
Ecrou de colonne pour ferrules CPG/SM	1 p	05921-21170
Clé pour écrou de colonne, 1/4" et 5/16"	1 p	8710-0510

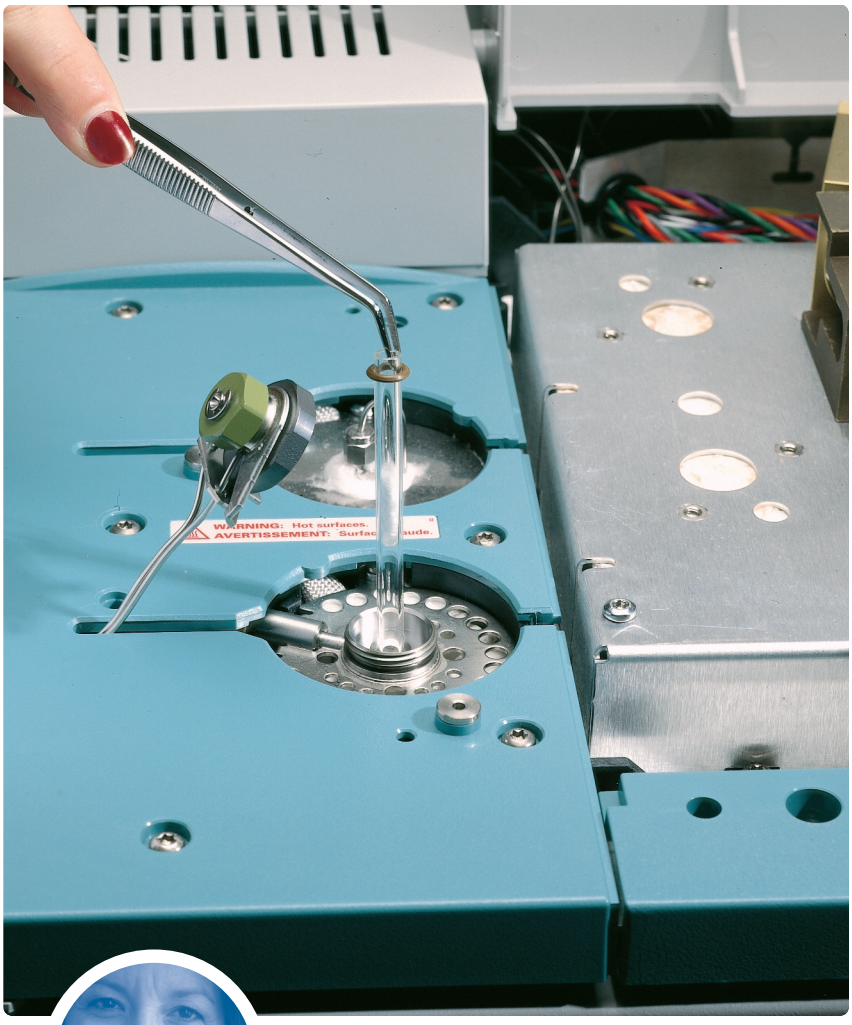
* Pour ferrules graphite exclusivement.
Utilisez toujours les écrous courts avec les ferrules courtes et les écrous longs avec les ferrules longues pour assurer une adaptation parfaite.

Inserts

Agilent propose une vaste gamme d'inserts pour vos injecteurs avec ou sans division de CPG Agilent. Ces inserts sont conçus et fabriqués pour répondre aux spécifications dimensionnelles très strictes ainsi qu'une inertie fiable face à des composés agressifs.

Les inserts sans division Agilent se démarquent de leurs concurrents par leur diamètre extérieur meulé et poli selon des tolérances dimensionnelles précises. Ceci assure une adaptation parfaite dans nos injecteurs et une performance d'injection sans division optimale.

Le choix de l'insert approprié pour une application peut se révéler difficile. Trois caractéristiques majeures de l'insert doivent guider votre choix pour chaque application :
- Volume de l'insert
- Traitement ou désactivation de l'insert
- Caractéristiques particulières de l'insert pouvant avoir une influence sur le débit de gaz vecteur dans l'injecteur et sur la vaporisation de l'échantillon



www.agilent.com/chem/supplies

A quoi ils servent

Les inserts sont la pièce centrale du système d'injection où l'échantillon est vaporisé et mis en phase gazeuse.

Pourquoi les remplacer

Ces problèmes apparaissent si l'insert n'est pas changé régulièrement ou si l'insert utilisé n'est pas adéquat :
- dégradation de la forme des pics
- discrimination des solutés
- reproductibilité médiocre
- décomposition d'échantillon
- pics fantômes

Comment réduire les problèmes

Changez régulièrement les inserts en fonction :
- du modèle d'utilisation précédent
- de la pureté de l'échantillon
- d'anomalies chromatographiques telles que :
  - variations de la forme du pic
  - discrimination des pics
  - reproductibilité médiocre
  - pyrolyse de l'échantillon

Caractéristiques des inserts

Volume de l'insert

Le port d'injection permet d'introduire un échantillon dans le chromatographe en phase gazeuse de façon précise et reproductible. L'échantillon vaporisé doit être une représentation fidèle de l'échantillon liquide, et sauf besoin particulier, doit être injecté sans modification chimique. Les températures élevées de l'injecteur vaporisent l'échantillon liquide en gaz pour un transfert en tête de la colonne. Ce changement d'état s'accompagne d'une variation de volume importante. Le volume de vapeur résultant doit être suffisamment faible pour tenir dans l'insert. Si le volume est trop important pour l'insert, la reproductibilité comme la sensibilité peuvent être remises en question, suite à la rétrodiffusion ou perte d'échantillon dans les lignes de purge de septum ou de division. La rétrodiffusion se traduit aussi souvent par un effet mémoire.

Les inserts de grand volume (> 800 µL) sont caractérisés par des diamètres intérieurs (DI) supérieurs et utilisés le plus souvent avec des volumes d'injection de 1 µl ou plus. Les inserts de faible volume ont un diamètre intérieur plus faible et s'utilisent généralement avec des volumes d'injection faibles (< 1 µL), des colonnes DI 100 µm pour chromatographie rapide, des échantillons gazeux ou des appareils d'échantillonnage externes tels que l'espace de tête statique ou dynamique.

Remarque sur l'outil de calcul du volume de vapeur : Agilent propose un logiciel (Vapor Volume Calculator) permettant de déterminer le volume de vapeur pour de multiples solvants courants avec une combinaison de choix de température d'injection et de pressions pour un insert d'injection Agilent donné. Ce logiciel est téléchargeable gratuitement sur le site web d'Agilent www.agilent.com/chem. Cliquez sur « Technical Support », « User Contributed Software » puis sur « GC Pressure/Flow Calculator ».

Désactivation de l'insert

Les sites actifs sur les inserts d'injection peuvent adsorber des composants de l'échantillon et entraîner l'asymétrie des pics, avec une perte potentielle de sensibilité et de reproductibilité. Les agents de désactivation masquent les sites actifs à la surface de l'insert ou réagissent avec eux. Les méthodes employées pour désactiver les inserts d'Agilent permettent d'obtenir des inserts inertes, reproductibles et durables. Pour les injections sans division ou pour l'analyse de composés légèrement polaires, il faut utiliser un insert désactivé.

A l'usage, mêmes les inserts désactivés peuvent devenir actifs. Il faut alors les nettoyer ou les remplacer. On peut nettoyer les inserts pour éliminer les particules ou les rincer avec un solvant pour éliminer les composants moins volatiles. Cependant, le choix de la méthode de nettoyage appropriée peut s'avérer difficile. Certains solvants peuvent éliminer la couche de désactivation ou un outil peut rayer la surface de verre de l'insert ; ce qui peut provoquer l'apparition de sites actifs indésirables.

Caractéristiques de l'insert

Dimensions

- Le diamètre extérieur (DE) de l'insert détermine le mode d'utilisation le plus efficace : avec ou sans division.
- Les inserts de grand DE sont conçus pour un fonctionnement sans division, s'adaptent précisément dans l'injecteur et limitent le contact de l'échantillon avec les parties métalliques de l'injecteur
- Les inserts de grand DE améliorent la récupération d'analytes en conservant plus d'échantillon à l'intérieur de l'insert
- Les inserts sans division Agilent sont tous fabriqués avec des tolérances dimensionnelles précises leur permettant de s'adapter exactement dans l'injecteur pour réduire le contact de l'échantillon avec les surfaces métalliques
- Les inserts de diamètre extérieur plus faible ont été élaborés pour une injection avec division car ils offrent une résistance moindre au gaz vecteur et au débit de split à travers l'injecteur
- Les inserts de grand volume sont utilisés pour les injections avec division avec une stabilité dimensionnelle améliorée pour une large gamme de rapports de division

Rétreints

Le rétreint est une réduction du diamètre interne (DI) de l'insert qui a plusieurs fonctions :

- Le rétreint inférieur focalise l'échantillon en tête de la colonne
- Le rétreint inférieur réduit le contact avec les parties métalliques de l'injecteur
- Le rétreint central positionne correctement la laine de verre
- Le rétreint supérieur réduit la rétrodiffusion de l'échantillon

Pour un fonctionnement optimal, la colonne doit être installée correctement dans le port d'injection, la pointe de la colonne située idéalement au milieu du rétreint ou à 6 mm environ entre la pointe de la colonne et le sommet de la ferrule (voir Figure 1). Certaines applications donnent de meilleurs résultats avec des profondeurs d'installation de colonne différentes. Il convient donc de vérifier, dans le manuel de l'instrument, les distances d'installation appropriées pour déterminer celle adaptée à votre application. La reproductibilité du positionnement est importante pour la répétabilité des résultats quantitatifs.

Remplissage

Laine de verre

Un grand nombre de types d'inserts utilisent un remplissage en laine de verre désactivée. La laine de verre est positionnée ou maintenue en place à proximité du centre de l'insert pour :

- Fournir une surface supplémentaire pour la vaporisation complète de l'échantillon et réduire la discrimination thermique
- Piéger les composants non volatils et les particules de septum avant qu'elles n'atteignent la colonne
- Essuyer tout reste d'échantillon sur l'aiguille de la seringue, augmentant ainsi la reproductibilité et évitant l'accumulation de résidus d'échantillon sur le septum ou le Merlin Microseal

Les inserts à laine de verre peuvent comporter de la laine près du centre, c'est notamment le cas des Agilent 5183-4647 et 5183-4711 ; ils sont donc recommandés pour les injections automatiques ou avec le septum Merlin Microseal.

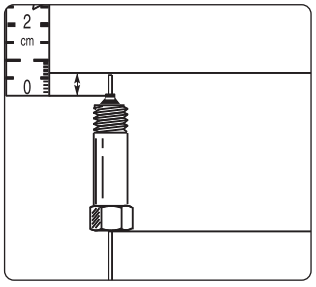
Si la laine de verre est positionnée dans la partie inférieure de l'insert, son rôle principal est simplement de piéger les composants non volatils. La laine de verre est généralement déconseillée pour les analytes suivants :

- phénols
- acides organiques
- pesticides
- amines
- stupéfiants
- composés polaires réactifs
- composés thermolabiles

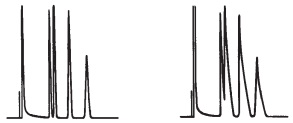
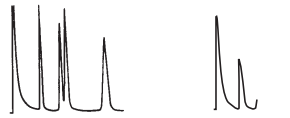
Chambre de mélange en verre

Une autre caractéristique facilitant la vaporisation de l'échantillon et assurant un bon mélange est l'inclusion d'une chambre de mélange en verre dans l'insert. Les inserts avec chambre de mélange en verre sont aussi disponibles avec laine de verre inerte supplémentaire permettant d'améliorer la répétabilité et de limiter la discrimination de l'échantillon. Non recommandé pour les injecteurs à contrôle électronique des pressions.

Figure 1.



Diagnostic de pannes dues aux inserts

Symptôme	Cause possible	Correction
Traînées de pics  Normal Problème	Composants de l'échantillon adsorbés par la colonne, l'insert ou joint en or d'injecteur contaminé.	Utilisez un insert neuf désactivé ou nettoyez l'ancien insert et remplacez la laine de verre.
	Contact de l'aiguille brisant le remplissage de l'insert.	Enlevez une partie du remplissage de l'insert ou utilisez-le sans remplissage.
	Extrémité de colonne mal coupée (absorption d'échantillon).	Enlevez la colonne. Coupez-la proprement à angle droit à l'aide d'un outil de découpe adapté pour les capillaires en silice fondue (céramique ou coupe colonne Agilent) puis réinstallez la colonne.
	Insert cassé ou endommagé.	Vérifiez que le débit total dans l'injecteur est supérieur à 40 ml/min.
Avancées de pics  Normal Problème	Décomposition de l'échantillon.	Enlevez l'insert et vérifiez sa propreté. Utilisez un insert désactivé neuf ou remplacez la laine de verre.
Elévation de la ligne de base avant ou après le pic Normal Problème Problème	Décomposition d'échantillon.	Enlevez l'insert et vérifiez sa propreté. Utilisez un insert désactivé neuf ou remplacez la laine de verre.
Variation de la ligne de base après un pic important Normal Problème Problème	Désalignement de la colonne avec l'insert.	Vérifiez l'installation de l'embout de colonne et de l'insert ; ajustez si nécessaire.
Pics non résolus Normal Problème Problème	Colonne ou insert contaminé ou détérioration de la colonne.	Utilisez une colonne de garde pour augmenter la durée de vie de la colonne. Enlevez l'insert et vérifiez sa propreté. Utilisez un insert désactivé neuf ou remplacez la laine de verre. Raccourcissez la partie avant de la colonne d'au moins 15 cm.

Inserts de choix Agilent

Nos efforts de recherche et de test se concentrent sur ces paramètres pendant la conception d'inserts destinés aux systèmes d'injection Agilent. Le développement intensif et le test continu des inserts a conduit à une gamme d'inserts que nous vous recommandons pour le développement de nouvelles méthodes et pour l'optimisation ou la résolution de problèmes de méthodes existantes. Ces inserts sont les suivants :

Inserts d'injection avec division :
Insert avec division Agilent avec laine de verre, rétreint inférieur, bille de verre pour faciliter le positionnement, désactivé, réf. Agilent 5183-4647 (avec contrôle dimensionnel extrêmement précis pour des performances optimales avec division).

Inserts d'injection sans division :
Insert à simple rétreint sans laine de verre, désactivé, réf. Agilent 5181-3316.

Inserts d'injection avec/sans division à usage général :
Conception comparable à la réf. Agilent 5183-4647, mais avec une désactivation différente et un diamètre extérieur permettant des injections avec et sans division, réf. Agilent 5183-4711.

Inserts d'injection directe :
Insert droit sans laine de verre, désactivé, réf. Agilent 5181-8818 (pour échantillon gazeux, espace de tête statique ou dynamique).

Raccord direct

Les injecteurs à raccord direct sont une solution Agilent pour les clients utilisant des composés à haute sensibilité ou recherchant les plus hautes performances pour leurs CPG ou CPG/SM sans exposition de l'échantillon aux dégradations possibles dans l'injecteur. Ces inserts sont inclus dans notre nouveau kit d'application EPA 8270 EPA conçu spécialement pour optimiser cette méthode sur un CPG/MSD 6890/5973.

Les inserts sont désactivés, livrables avec simple ou double rétreint, et se connectent à la colonne par pression. En outre, un petit trou percé sur le côté de l'insert de dimension et emplacement optimisés par les ingénieurs de recherche d'Agilent permet leur utilisation en EPC.

Insert à focalisation

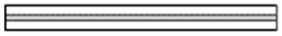
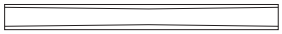
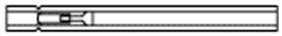
Améliorer la reproductibilité et les résultats. L'insert à focalisation piège une quantité précise de laine de verre en position idéale sur l'insert. Au point d'injection, la laine de verre fournit une surface supplémentaire de vaporisation, piège les résidus d'échantillon non volatils et élimine tout résidu d'échantillon de l'aiguille – pour une meilleure reproductibilité.

Nous vous proposons également toute une gamme complète d'inserts répondant à vos besoins applicatifs spécifiques.

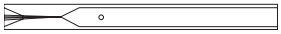
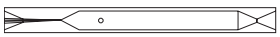
Joints toriques pour inserts

L'étanchéité entre l'insert et l'injecteur est assurée par des joints toriques en viton ou en graphite. Les joints toriques en viton sont plus faciles à retirer et à remplacer que ceux en graphite qui se déforment et se brisent. Les joints en graphite doivent être utilisés quand les températures d'injecteur dépassent 350 °C.

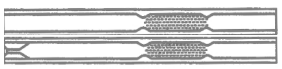
Références des inserts

	Utilisation	Volume de l'insert (µl)	Unité	5/paquet	25/paquet
Inserts de choix Agilent					
Insert avec division, faible chute de pression, laine de verre, rétreint, désactivé	Pour injection avec division	870	5183-4647	5183-4701	5183-4702
Insert sans division, simple rétreint, rétreint,sans laine de verre, désactivé	Pour injection sans division	900	5181-3316	5183-4695	5183-4696
 Insert, direct DI 2 mm, désactivé	Pour injection directe (pour échantillon de gaz, espace de tête statique et dynamique)	250	5181-8818	5183-4703	5183-4704
Insert, usage général avec/sans division, laine de verre rétreint, désactivé	Pour injection avec/sans division injection	870	5183-4711	5183-4712	5183-4713
Inserts d'injection sans division					
Insert sans division, simple rétreint, laine de verre, désactivé		900	5062-3587	5183-4693	5183-4694
Insert sans division, double rétreint, sans laine de verre, désactivé		800	5181-3315	5183-4705	5183-4706
Inserts d'injection directe					
Insert, direct, DI 2 mm, non désactivé, quartz		250	18740-80220	5183-4707	5183-4708
Insert, direct, DI 1,5 mm, non désactivé [échantillon de gaz, espace de tête statique et dynamique]		140	18740-80200	5183-4709	5183-4710
 Insert, droit, sans division, DI 4,0 mm		990	210-3003	210-3003-5	
Insert avec division Insert, avec division, laine de verre, non désactivé		990	19251-60540	5183-4691	5183-4692
 Inserts avec division pour injection manuelle Insert, avec division, avec chambre de mélange, sans laine de verre		800	18740-80190	5183-4699	5183-4700
Insert, avec division, avec chambre de mélange, laine de verre [non recommandé pour le contrôle électronique des pressions (EPC)], pour injection manuelle		800	18740-60840	5183-4697	5183-4698

Inserts à raccord direct

	Référence
 Insert à raccord direct simple rétreint, DI 4 mm, désactivé	G1544-80730
 Insert à raccord direct double rétreint, DI 4 mm, désactivé	G1544-80700

Inserts à focalisation

	DI	Laine	Dimensions	Référence
 Insert à focalisation	4,0 mm	Oui	6,3 mm X 78,5 mm	210-4004-5
Insert à focalisation	4,0 mm	Oui	6,3 mm X 78,5 mm	210-4022-5

Joints toriques pour insert

	Référence
Joint torique fluorocarbone (12/paquet)	5180-4182
Joint torique graphite pour insert sans division (10/paquet)	5180-4173
Joint torique graphite pour insert avec division (10/paquet)	5180-4168

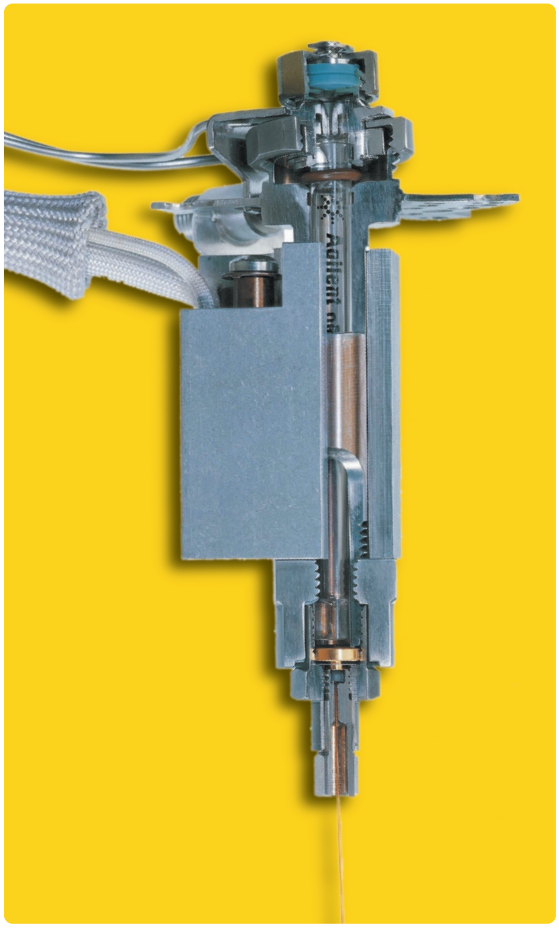
Pièces détachées et consommables pour injecteurs

Pour le remplacement des pièces d'injecteurs de votre instrument de CPG Agilent, refusez les imitations : utilisez des pièces Agilent d'origine. Nos injecteurs sont conçus, testés et fabriqués par des ingénieurs Agilent en vue de performances supérieures et d'un fonctionnement optimum avec nos instruments. Nous pouvons vous fournir toutes les pièces de rechange nécessaires pour tout le système, pas seulement certaines pièces détachées. Pour que votre appareil vous donne toujours des résultats optimum, utilisez les consommables et pièces de rechange Agilent, parfaitement adaptés pour des performances optimales.

Fournitures pour insert CPG avec/sans division 6890/6850

Description	Référence
Ecrou de maintien pour espace de tête	18740-60830
Ecrou de maintien de septum	18740-60835
Corps d'injecteur soudé	G1544-80570
Ecrou de maintien	G1544-20590
Ecrou réducteur	18740-20800

Pour une liste complète de pièces, consultez le manuel d'utilisation ou de service des équipements de CPG séries 5890, 6890 et 6850, ou www.agilent.com/chem.



	Référence

Ensembles pour injecteur avec/sans divison 6890/6850

Ensemble de support du septum d'injection (au-dessus de l'insert) pour contrôle manuel des pressions	19251-60575
Ensemble de support du septum d'injection pour contrôle électronique des pressions (EPC) standard avec un filtre pour ligne de split 1/4".	G1544-60575
Similaire à l'ensemble de support du septum d'injection pour contrôle électronique des pressions (EPC) standard G1544-60575 avec possiblité d'insérer un filtre chimique 1/4" pour purifier le gaz vecteur pour ECD	G1544-80580
Corps d'insert soudé inox avec filtre à charbon, pour 6890/6850.	G1544-60585
Similaire à l'ensemble de support du septum d'injection pour contrôle électronique des pressions (EPC) standard G1544-60575 avec ligne de gaz vecteur séparées pour interface avec un système de vannes d'un G1540A	G1580-60575
Corps d'insert inox pour G1540A avec option système à vannes, avec filtre à charbon pour ligne de split 6890/6850.	G1580-60585

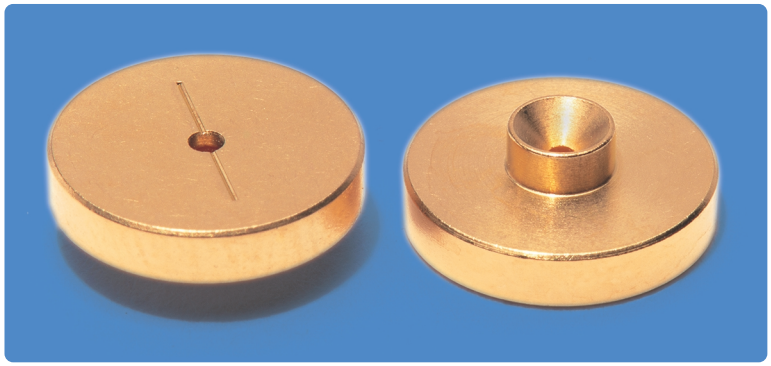
Fournitures pour injection multimode 5890 avec/sans division

Ecrou de maintien du septum d'injection	18740-60835
Ecrou de maintien pour échantillon d'espace de tête	18740-60830
Ecrou de maintien	19251-20620
Ecrou réducteur	18740-20800

* Pour une liste complète de pièces, consultez le manuel d'utilisation ou de service des équipements de CPG séries 5890, 6890 et 6850.

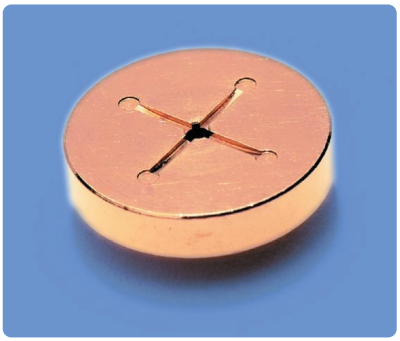
Joints d'insert

Rondelle d'étanchéité inox	18740-20880
Rondelle d'étanchéité plaquée or	18740-20885
Rondelle d'étanchéité plaquée or avec fente en croix	5182-9652



Rondelle d'étanchéité plaquée ou réf. 18740-20885

www.agilent.com/chem/supplies



Rondelle d'étanchéité plaquée or à fente en croix réf. 5182-9652

www.agilent.com/chem
0810.446.446
(valable en France uniquement)

Pour en savoir plus :
Pour en savoir plus sur les consommables pour injecteurs de chromatographes en phase gazeuse d'Agilent, appelez votre succursale locale ou votre distributeur agréé Agilent. Vous pouvez aussi visiter le site Internet : www.agilent.com/chem

Informations susceptibles de modification sans préavis.

© Agilent Technologies, Inc. 2001
Imprimé aux Pays-Bas le 15 octobre 2001
5988-3466FR

Agilent Technologies